

⑫ 公開特許公報(A) 平4-88188

⑤ Int. Cl.⁵

識別記号

庁内整理番号

④ 公開 平成4年(1992)3月23日

C 25 D 3/66
5/26Z 6919-4K
6919-4K

審査請求 未請求 請求項の数 6 (全11頁)

⑭ 発明の名称 電気A1合金めつき浴およびその浴によるめつき方法

⑯ 特 願 平2-201745

⑰ 出 願 平2(1990)7月30日

⑱ 発 明 者 高 橋 節 子 千葉県市川市高谷新町7番地の1 日新製鋼株式会社新材料研究所内

⑲ 発 明 者 西 畑 三 鶴 千葉県市川市高谷新町7番地の1 日新製鋼株式会社新材料研究所内

⑳ 発 明 者 奥 佳 代 子 千葉県市川市高谷新町7番地の1 日新製鋼株式会社新材料研究所内

㉑ 出 願 人 日新製鋼株式会社 東京都千代田区丸の内3丁目4番1号

㉒ 代 理 人 弁理士 進 藤 満

明 細 書

らの両方

1. 発明の名称

電気A1合金めつき浴およびその浴によるめつき方法

(ホ)モリブデンハロゲン化物

(ヘ)タングステンハロゲン化物

2. 特許請求の範囲

(1)下記(A)、(B)および(C)成分を含有する

電気A1合金めつき浴。

(C)アルキルビリジニウムハロゲン化物またはアルキルイミダゾリウムハロゲン化物(但し、いずれの化合物ともアルキル基の炭素数は1~12) 33~67モル%

(A)アルミニウムハロゲン化物 33~67モル%

(B)次の(イ)~(ヘ)から選んだ1種 0.01~67モル%

(イ)リチウムハロゲン化物、

(ロ)バナジウムハロゲン化物またはフルオロバナジウム酸のアルカリ金属塩あるいはこれらの両方、

(ハ)ニオブハロゲン化物またはフルオロニオブ酸のアルカリ金属塩あるいはこれらの両方、

(ニ)タンタルハロゲン化物またはフルオロタンタル酸のアルカリ金属塩あるいはこれ

(2)アルキルビリジニウムハロゲン化物がモノアルキル、ジアルキル、トリアルキルビリジニウムハロゲン化物のうちの1種または2種以上の混合物であることを特徴とする特許請求の範囲第1項に記載の電気A1合金めつき浴。

(3)アルキルイミダゾリウムハロゲン化物が1-アルキル、1,3-ジアルキル、トリアルキルイミダゾリウムハロゲン化物のうちの1種または2種以上の混合物であることを特徴とする特許請求の範囲第1項に記載の電気A1合金めつき浴。

(4)第1項のめつき浴に芳香族有機溶媒を添加したことを特徴とする電気A1合金めつき浴。

(5)第1項のめつき浴に窒素原子を有する芳香族

化合物を添加したことを特徴とする電気Al合金めっき浴。

(6)第1～5項に記載のめっき浴を用いて、浴温25～180℃、電流密度0.01～100A/dm²で直流またはパルス電流によりめっきすることを特徴とする電気Al合金めっき方法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、常温もしくは比較的低温でめっきできる電気Al合金めっき浴およびその浴によるめっき方法に関する。

(従来技術)

Al合金は、一般に軽量で、耐食性、耐熱性に優れているが、組み合わせ元素によってはさらに他の特性を付与することができる。しかし、Al合金は、高価であるので、安価な用途に使用する場合にはAl合金をめっきした部材が適している。

Al合金めっきは、溶融めっきや蒸着めっきでも可能であるが、工業的に溶融めっきで行うには、容量が数百トンのめっき浴を必要とするため、多

量の合金元素を必要とする。また、めっき合金を変更する場合、溶融合金を全量引き出さなければならないので、めっき浴の変更に多くの困難を伴う。

一方、蒸着めっきにはこのような問題がないが、生産性が劣り、蒸着金属は直造しかしなため、被めっき材の形状が複雑なものの場合、めっきできない部分が生じる。

また、溶融めっき、蒸着めっきはともに被めっき材の加熱を伴うため、形状や寸法に変動が生じる。

このようなことから、Al合金を常温もしくは低温で電気めっきで施すことができれば、非常に好都合である。

(発明が解決しようとする問題点)

しかしながら、Al合金をこのような条件で電気めっきできるめっき浴はまだ開発されていなかった。

本発明は、このようなことから、常温もしくは比較的低温で電気めっき可能な電気Al合金めっき

浴およびその浴によるめっき方法を提供するものである。

(問題点を解決するための手段)

本発明者らは、電気Al合金めっき浴として次のようなめっき浴を開発した。

(1)下記(A)、(B)および(C)成分を含有する

電気Al合金めっき浴。

(A)アルミニウムハロゲン化物 33～67モル%

(B)次の(イ)～(ヘ)から選んだ1種 0.01～67モル%

(イ)リチウムハロゲン化物、

(ロ)バナジウムハロゲン化物またはフルオロバナジウム酸のアルカリ金属塩あるいはこれらの両方、

(ハ)ニオブハロゲン化物またはフルオロニオブ酸のアルカリ金属塩あるいはこれらの両方、

(ニ)タンタルハロゲン化物またはフルオロタンタル酸のアルカリ金属塩あるいはこれ

らの両方

(ホ)モリブデンハロゲン化物

(ヘ)タングステンハロゲン化物

(C)アルキルビリジニウムハロゲン化物またはアルキルイミダゾリウムハロゲン化物(但し、いずれの化合物ともアルキル基の炭素数は1～12) 33～67モル%

(2)上記(1)のめっき浴に芳香族有機溶媒を添加した電気Al合金めっき浴。

(3)前記(1)のめっき浴に窒素原子を有する芳香族化合物を添加した電気Al合金めっき浴。

そして、これらのめっき浴による電気めっき方法として、浴温25～180℃、電流密度0.01～100A/dm²で直流またはパルス電流によりめっきする方法を開発した。

本発明のめっき浴の前記3成分は、いずれも固体であるが、混合すると溶融し、常温でも液体の溶融塩浴となり、電気めっきで合金元素含有量が0.01～93%のAl合金をめっきすることができ、具体的には、Al-Li合金およびAl-Ta合金

めっきの場合はLiまたはTa含有量が0.01～70%のものを、Al-V合金めっきの場合はV含有量が0.1～40%のものを、また、Al-Nb合金およびAl-W合金めっきの場合はNbまたはW含有量が0.1～93%のものをめっきすることができる。

本発明のめっき浴では、アルミニウムハロゲン化合物を33～67モル%含有させる。この化合物の含有量が33モル%未満になると、アルキルピリジニウムイオンやアルキルイミダゾリウムイオンが多くなり、それがめっき層に付着し、67モル%を越えると、めっき浴の融点が高くなり、好ましくない。このアルミニウムハロゲン化合物は、一般式 AlX_n (Xはハロゲン原子でF、Cl、Br、Iなど)で示されるものである。

本発明では、上記アルミニウムハロゲン化合物とともに、前記(イ)～(ヘ)の1種を0.01～67モル%含有させる。これらの化合物は、含有量が0.01モル%未満であると、合金元素イオンが不足し、電解条件によっては合金元素が電析しな

い場合が生じる。一方、67モル%を越えると、めっき浴の融点が高くなり、好ましくない。

ここで、リチウムハロゲン化合物とは、一般式 LiX (Xはハロゲン原子で、F、Cl、Br、Iなどである)で示される化合物である。

また、周期律表第Va族に属するバナジウム、ニオブ、タンタルなどのハロゲン化合物は、一般式 M^1X_n (M^1 はV、Nb、Taであり、Xはハロゲン原子でF、Cl、Br、Iなど、nは2～5)で示される原子価がⅡ価、Ⅲ価、Ⅳ価、Ⅴ価のハロゲン化合物であり、また、フルオロ金属酸のアルカリ金属塩は、フルオロバナジウム酸塩の場合、一般式 $M^2_nVF_n$ (M^2 はアルカリ金属でLi、Na、K、Rbなどであり、nは1～2、nは5～6である)で示され、フルオロニオブ酸塩の場合は一般式 $M^2_nNbF_n$ (M^2 はアルカリ金属で、nは1～2、nは6～7である)で示され、さらに、フルオロタンタル酸塩の場合は一般式 $M^2_nTaF_n$ (M^2 はアルカリ金属で、nは1～3、nは6～8である)で示される。

さらに、周期律表第Vb族に属するモリブデン、タングステンなどのハロゲン化合物は、一般式 M^3X_n (M^3 はMo、Wであり、Xはハロゲン原子でF、Cl、Br、Iなど、nは2～6)で示される原子価がⅡ価、Ⅲ価、Ⅳ価、Ⅴ価、Ⅵ価のハロゲン化合物である。

本発明では、前記2種の化合物とともに、アルキルピリジニウムハロゲン化合物またはアルキルイミダゾリウムハロゲン化合物を33～67モル%含有させる。これらの化合物は、含有量が33モル%未満になると、めっき浴の融点が高くなり、67モル%を越えると、アルキルピリジニウムイオンやアルキルイミダゾリウムイオンが多くなり、それがめっき層に付着し、好ましくない。なお、ピリジン環やイミダゾール環に導入したアルキル基の炭素数が13以上のものを使用すると、常温で液体になりにくく、粘性も高くなるので、1～12のものを使用する。

アルキルピリジニウムハロゲン化合物は、モノアルキル置換体、ジアルキル置換体、トリアルキル

置換体が好ましく、これらの1種または2種以上の混合物であってもよい。また、ハロゲン原子としては、フッ素、塩素、臭素、ヨウ素でもよい。このような化合物を具体的に示せば、ブチルピリジニウムハロゲン化合物、1,2-ジメチルピリジニウムハロゲン化合物、1-エチル-2-メチルピリジニウムハロゲン化合物、1-n-ブチル-2-メチルピリジニウムハロゲン化合物、1-イソブチル-2-メチルピリジニウムハロゲン化合物、1-n-オクチル-2-メチルピリジニウムハロゲン化合物、1-ペンシル-2-メチルピリジニウムハロゲン化合物、1-エチル-3-メチルピリジニウムハロゲン化合物、1-シクロヘキシル-3-メチルピリジニウムハロゲン化合物、1-エチル-2-エチルピリジニウムハロゲン化合物、1-ブチル-2-エチルピリジニウムハロゲン化合物、1-エチル-4-メチルピリジニウムハロゲン化合物、1-エチル-2,4-ジメチルピリジニウムハロゲン化合物、1-エチル-2,6-ジメチルピリジニウムハロゲン化合物、1-n-ブチル-2,4-ジメチルピリジニウムハロゲン化合物などを けることができる。

また、アルキルイミダゾリウムハロゲン化物は、1-アルキル、1,3-ジアルキル、1,2,3-トリアルキルイミダゾリウムハロゲン化物が好ましく、ハロゲン原子は、フッ素、塩素、臭素、ヨウ素でもよい。これらは、独でも2種以上を混合使用してもよい。これらの化合物を具体的に示せば、1-メチルイミダゾリウムブロマイド、1-エチルイミダゾリウムハロゲン化物、1-ブチルイミダゾリウムハロゲン化物、1,3-ジメチルイミダゾリウムハロゲン化物、1-メチル-3-エチルイミダゾリウムハロゲン化物、1-メチル-3-n-ブチルイミダゾリウムハロゲン化物、1-メチル-3-ベンジルイミダゾリウムハロゲン化物、1-メチル-3-エチルベンゾイミダゾリウムハロゲン化物、1,2,3-トリメチルイミダゾリウムハロゲン化物、1,2-ジメチル-3-エチルイミダゾリウムハロゲン化物、1,2-ジメチル-3-ブチルイミダゾリウムハロゲン化物などを挙げることができる。

このアルキルピリジニウムハロゲン化物の場合、アミノ基が導入されたものでもよい。例えば、1-

メチル-4-ジメチルアミノピリジニウムハロゲン化物、1-エチル-4-ジメチルアミノピリジニウムハロゲン化物、1-エチル-4-(N-エチル、N-メチル)アミノピリジニウムハロゲン化物、1-エチル-4-アミノピリジニウムハロゲン化物、1-n-ブチル-4-ジメチルアミノピリジニウムハロゲン化物、1-ベンジル-4-ジメチルアミノピリジニウムハロゲン化物、1-n-オクチル-4-ジメチルアミノピリジニウムハロゲン化物、1-エチル-4-ピペリジノピリジニウムハロゲン化物、1-エチル-4-ピロリジノピリジニウムハロゲン化物などが挙げられる。

アルキルイミダゾリウムハロゲン化物は、縮合環を形成していてもよい。この縮合複素環化合物の代表的なものは、ジアルキルベンズイミダゾリウムハロゲン化物で、具体例としては、1,3-ジメチルベンズイミダゾリウムクロライド、1-メチル-3-エチルベンズイミダゾリウムブロマイドなどを挙げることができる。

以上挙げた化合物のうち、好ましい組み合わせ

は、 $AlCl_3-MCl_n$ -ブチルピリジニウムクロライド系または $AlCl_3-MCl_n$ -1-エチル-3-メチルイミダゾリウムクロライド系(Mは合金元素、nは2~6)であるが、後者の組成のめっき浴の方が導電率が高く、粘性も低いので、特に好ましい。

本発明のめっき浴は、芳香族系有機溶媒を添加して、めっき液の粘性を低下させると、導電率が向上し、めっき電流密度を増大させることができ、かつ、めっき層をも平滑化できる。この有機溶媒の添加は、めっき浴の総量に対して、5 Vol%未満であると、添加効果が認められず、80 Vol%を超えると、めっき液との均一混合が困難になり、分離するので、5~80 Vol%にするのが好ましい。

また、本発明のめっき浴に窒素を有する芳香族化合物を添加すると、厚めっきの際にめっき層がデンドライト状になるのを抑制できる。この添加剤を添加すると、30 μ m以上の厚めっきにしても、表面は光沢を呈し、電流密度を広範囲に変動させても平滑なめっき層になり、また、均一電着

性も向上する。

この芳香族化合物には、環内に窒素原子を2個以上有する不飽和複素環化合物、アミノ基を有する芳香族化合物などが挙げられるが、これらの化合物は、単環化合物、縮合環化合物であってもよい。環内に窒素原子を2個以上有する不飽和複素環化合物としては、ピリミジンやバルビツル酸などのジアジン、ナフチリジン、フェナジン、フェナントロリン、ピリダジン、ピラジンなどが、また、アミノ基を有する芳香族化合物としては、ジフェニルアミン、アミノピリミジンのようなアミノジアジンなどを挙げることができ、これらは2種以上併用することも可能である。

窒素原子を有する芳香族化合物の添加量は、めっき浴に対して、通常0.001~1モル%である。添加量が0.001モル%より少ないと添加効果がなく、1モル%より多くなると高電流密度でめっきした場合、めっき焼けが発生する。

本発明のめっき浴を用いてのめっきは、乾燥無酸素雰囲気中で、直流もしくはパルス電流で浴温

25～180℃、電流密度0.01～100 A/dm²で行うと、電流効率がよく、均一にめっきできる。浴温が25℃より低いと、めっき液の粘性が高く、電流密度が極端に小さくなり、180℃より高くすると、有機物成分の分解が心配される。この浴温は、100℃以上にしなくても、常温～60℃で十分めっき可能である。電流は、パルス電流を使用すると、めっき層が緻密になる。めっき浴は、超音波攪拌、ジェット噴流攪拌などを施すと、電流密度を高くすることができる。

(実施例)

実施例 1

第1表に示す組成の電気Al-Li合金めっき浴を調製し、このめっき浴を用いて板厚が0.5mmの冷延鋼板にAl合金を電気めっきした。めっきは、冷延鋼板を常法により溶剤蒸気洗浄、アルカリ脱脂および酸洗を施した後、乾燥して、直ちに不活性雰囲気においていためっき浴に浸漬し、冷延鋼板を陰極、アルミニウム板(純度99.99%、板厚1.0mm)またはリチウム板(純度99%以上、

板厚1.0mm)を陽極にし、直流で電解した。第2表に得られたAl-Li合金めっき鋼板の性能を示す。

実施例 2

第3表に示す組成の電気Al-V合金めっき浴を調製し、実施例1と同要領でAl-V合金を板厚0.5mmの冷延鋼板に電気めっきした。なお、陽極にはチタン板(純度99.99%、板厚1.0mm)またはバナジウム板(純度99.5%、板厚1.0mm)を使用した。第4表に得られたAl-V合金めっき鋼板の性能を示す。

実施例 3

第5表に示す組成の電気Al-Nb合金めっき浴を調製し、実施例1と同要領でAl-Nb合金を板厚0.5mmの冷延鋼板に電気めっきした。なお、陽極にはチタン板(純度99.99%、板厚1.0mm)またはニオブ板(純度99%、板厚1.0mm)を使用した。第6表に得られたAl-Nb合金めっき鋼板の性能を示す。

実施例 4

第7表に示す組成の電気Al-Ta合金めっき浴を

調製し、実施例1と同要領でAl-Ta合金を板厚0.5mmの冷延鋼板に電気めっきした。なお、陽極にはチタン板(純度99.99%、板厚1.0mm)またはタンタル板(純度99.5%、板厚1.0mm)を使用した。第8表に得られたAl-Ta合金めっき鋼板の性能を示す。

実施例 5

第9表に示す組成の電気Al-Mo合金めっき浴を調製し、実施例1と同要領でAl-Mo合金を板厚0.5mmの冷延鋼板に電気めっきした。なお、陽極にはチタン板(純度99.99%、板厚1.0mm)またはモリブデン板(純度99%、板厚1.0mm)を使用した。第10表に得られたAl-Mo合金めっき鋼板の性能を示す。

実施例 6

第11表に示す組成の電気Al-W合金めっき浴を調製し、実施例1と同要領でAl-W合金を板厚0.5mmの冷延鋼板に電気めっきした。なお、陽極にはチタン板(純度99.99%、板厚1.0mm)またはタングステン板(純度99.75%、板厚

1.0mm)を使用した。第12表に得られたAl-W合金めっき鋼板の性能を示す。

第 1 表 (Al-Li合金めっき)

区 分	No	め っ き 浴 組 成				電 解 条 件				
		AlX ₃	リチウムハ ロゲン化物	アルキルピリジニウムハロゲン化物又は アルキルイミダゾリウムハロゲン化物	添 加 剤	溶 剤	浴 温 (℃)	電流密度 (A/dm ²)	電解時間 (min)	雰囲気 ガス
実 施 例	1	AlCl ₃ 60mol%	LiCl 3mol%	ブチルピリジニウムクロライド 37mol%	-	-	60	2	15	N ₂
	2	AlCl ₃ 60mol%	LiCl 5mol%	1-エチル-3-メチルイミダゾリウム クロライド 35mol%	-	-	60	5	15	N ₂
	3	AlCl ₃ 55mol%	LiCl 10mol%	1-エチル-3-メチルイミダゾリウム クロライド 35mol%	-	-	40	3	15	Ar
	4	AlBr ₃ 60mol%	LiBr 5mol%	1-エチル-3-メチルイミダゾリウム クロライド 35mol%	-	-	150	10	5	Ar
	5	AlCl ₃ 60mol%	LiCl 5mol%	1-エチル-3-メチルイミダゾリウム クロライド 残	ピリミジン 0.005mol%	-	60	3	15	N ₂
	6	AlCl ₃ 60mol%	LiCl 5mol%	1-エチル-3-メチルイミダゾリウム クロライド 残	アミノピリミジン 0.005mol%	-	60	3	15	N ₂
	7	AlCl ₃ 55mol%	LiCl 10mol%	1-エチル-3-メチルイミダゾリウム クロライド 残	フェナントリン 0.005mol%	-	40	3	15	N ₂
	8	AlCl ₃ 60mol%	LiCl 5mol%	ブチルピリジニウムクロライド 35mol%	-	ベンゼン 50Vol%	40	3	15	N ₂
	9	AlCl ₃ 55mol%	LiCl 5mol%	ブチルピリジニウムクロライド 40mol%	-	トルエン 50Vol%	40	3	15	N ₂
	10	AlCl ₃ 60mol%	LiF 5mol%	1-エチル-3-メチルイミダゾリウム クロライド 35mol%	-	-	60	5	15	N ₂
	11	AlCl ₃ 55mol%	LiF 10mol%	1-エチル-3-メチルイミダゾリウム クロライド 35mol%	-	-	60	5	15	N ₂

第 2 表 (Al-Li合金めっき)

No	め っ き 層			
	Li含有量 (%)	厚み (μm)	表面状態	加工性
1	15	6	平滑 緻密	良好
2	20	15	鏡面光沢	良好
3	35	9	鏡面光沢	良好
4	30	10	鏡面光沢	良好
5	30	9	鏡面光沢	良好
6	30	9	鏡面光沢	良好
7	30	9	鏡面光沢	良好
8	30	9	鏡面光沢	良好
9	30	9	鏡面光沢	良好
10	15	15	平滑 緻密	良好
11	13	15	平滑 緻密	良好

第 3 表 (Al-V 合金めっき)

区 分	No	め っ き 浴 組 成				電 解 条 件				
		AlX, 化合物	バナジウム 化合物	アルキルピリジニウムハロゲン化物又は アルキルイミダゾリウムハロゲン化物	添加剤	溶 剤	浴 温 (℃)	電流密度 (A/dm ²)	電解時間 (min)	雰囲気 ガス
実 施 例	1	AlCl ₃ , 6.0mol%	VC1 ₂ , 3mol%	ブチルピリジニウムクロライド 3.7mol%	-	-	60	2	15	N ₂
	2	AlCl ₃ , 6.0mol%	VC1 ₂ , 5mol%	1-エチル-3-メチルイミダゾリウム クロライド 3.5mol%	-	-	60	5	15	N ₂
	3	AlCl ₃ , 5.5mol%	VC1 ₂ , 1.0mol%	1-エチル-3-メチルイミダゾリウム クロライド 3.5mol%	-	-	40	3	15	Ar
	4	AlBr ₃ , 6.0mol%	VBr ₃ , 5mol%	1-エチル-3-メチルイミダゾリウム クロライド 3.5mol%	-	-	150	10	5	Ar
	5	AlCl ₃ , 6.0mol%	VC1 ₂ , 5mol%	1-エチル-3-メチルイミダゾリウム クロライド 残	ピリミジン 0.005mol%	-	60	3	15	N ₂
	6	AlCl ₃ , 6.0mol%	VC1 ₂ , 5mol%	1-エチル-3-メチルイミダゾリウム クロライド 残	アミノピリミジン 0.005mol%	-	60	3	15	N ₂
	7	AlCl ₃ , 5.5mol%	VC1 ₂ , 1.0mol%	1-エチル-3-メチルイミダゾリウム クロライド 残	フェナントロリン 0.005mol%	-	40	3	15	N ₂
	8	AlCl ₃ , 6.0mol%	VC1 ₂ , 5mol%	ブチルピリジニウムクロライド 3.5mol%	-	ベンゼン 5.0Vol%	40	3	15	N ₂
	9	AlCl ₃ , 5.5mol%	VC1 ₂ , 5mol%	ブチルピリジニウムクロライド 4.0mol%	-	トルエン 5.0Vol%	40	3	15	N ₂
	10	AlCl ₃ , 6.0mol%	VF ₃ , 5mol%	1-エチル-3-メチルイミダゾリウム クロライド 3.5mol%	-	-	60	5	15	N ₂
	11	AlCl ₃ , 5.5mol%	VF ₃ , 1.0mol%	1-エチル-3-メチルイミダゾリウム クロライド 3.5mol%	-	-	60	5	15	N ₂
	12	AlCl ₃ , 6.0mol%	K ₂ VF ₆ , 5mol%	1-エチル-3-メチルイミダゾリウム クロライド 3.5mol%	-	-	60	5	15	Ar
	13	AlCl ₃ , 6.0mol%	K ₂ VF ₆ , 5mol%	1-エチル-3-メチルイミダゾリウム クロライド 3.5mol%	-	-	60	5	15	Ar

第 4 表 (Al-V 合金めっき)

No	め っ き 層			
	V含有量 (%)	厚み (μm)	表面状態	加工性
1	1.4	6	平滑 緻密	良好
2	2.0	15	鏡面光沢	良好
3	2.5	9	鏡面光沢	良好
4	3.5	10	鏡面光沢	良好
5	2.5	9	鏡面光沢	良好
6	2.5	9	鏡面光沢	良好
7	2.5	9	鏡面光沢	良好
8	2.5	9	鏡面光沢	良好
9	2.5	9	鏡面光沢	良好
10	1.5	15	平滑 緻密	良好
11	1.5	15	平滑 緻密	良好
12	2.0	15	平滑 緻密	良好
13	2.0	15	平滑 緻密	良好

第 5 表 (Al-Nb合金めっき)

区分	No	め っ き 浴 組 成				電 解 条 件				
		AlX ₃	ニオブ化合物	アルキルピリジニウムハロゲン化物又はアルキルイミダゾリウムハロゲン化物	添加剤	溶 剤	浴 温 (℃)	電流密度 (A/dm ²)	電解時間 (min)	雰囲気ガス
実	1	AlCl ₃ 6.0mol%	NbCl ₅ 3mol%	ブチルピリジニウムクロライド 3.7mol%	-	-	60	2	15	N ₂
	2	AlCl ₃ 6.0mol%	NbCl ₅ 5mol%	1-エチル-3-メチルイミダゾリウム クロライド 3.5mol%	-	-	60	5	15	N ₂
	3	AlCl ₃ 5.5mol%	NbCl ₅ 1.0mol%	1-エチル-3-メチルイミダゾリウム クロライド 3.5mol%	-	-	40	3	15	Ar
	4	AlBr ₃ 6.0mol%	NbBr ₅ 5mol%	1-エチル-3-メチルイミダゾリウム クロライド 3.5mol%	-	-	150	10	5	Ar
	5	AlCl ₃ 6.0mol%	NbCl ₅ 5mol%	1-エチル-3-メチルイミダゾリウム クロライド 残	ピリミジン 0.005mol%	-	60	3	15	N ₂
施	6	AlCl ₃ 6.0mol%	NbCl ₅ 5mol%	1-エチル-3-メチルイミダゾリウム クロライド 残	アミノピリミジン 0.005mol%	-	60	3	15	N ₂
	7	AlCl ₃ 5.5mol%	NbCl ₅ 1.0mol%	1-エチル-3-メチルイミダゾリウム クロライド 残	フェナントリン 0.005mol%	-	40	3	15	N ₂
	8	AlCl ₃ 6.0mol%	NbCl ₅ 3.5mol%	ブチルピリジニウムクロライド	-	ベンゼン 5.0Vol%	40	3	15	N ₂
	9	AlCl ₃ 5.5mol%	NbCl ₅ 5mol%	ブチルピリジニウムクロライド 4.0mol%	-	トルエン 5.0Vol%	40	3	15	N ₂
	10	AlCl ₃ 6.0mol%	NbF ₅ 5mol%	1-エチル-3-メチルイミダゾリウム クロライド 3.5mol%	-	-	60	5	15	N ₂
例	11	AlCl ₃ 5.5mol%	NbF ₅ 1.0mol%	1-エチル-3-メチルイミダゾリウム クロライド 3.5mol%	-	-	60	5	15	N ₂
	12	AlCl ₃ 6.0mol%	KNbF ₆ 5mol%	1-エチル-3-メチルイミダゾリウム クロライド 3.5mol%	-	-	60	5	15	Ar
	13	AlCl ₃ 6.0mol%	K ₂ NbF ₇ 5mol%	1-エチル-3-メチルイミダゾリウム クロライド 3.5mol%	-	-	60	5	15	Ar

第 6 表 (Al-Nb合金めっき)

No	め っ き 層			
	Nb含有量 (%)	厚み (μm)	表面状態	加工性
1	1.4	6	平滑 緻密	良好
2	2.0	15	鏡面光沢	良好
3	2.3	9	鏡面光沢	良好
4	3.5	10	鏡面光沢	良好
5	2.5	9	鏡面光沢	良好
6	2.5	9	鏡面光沢	良好
7	2.5	9	鏡面光沢	良好
8	2.5	9	鏡面光沢	良好
9	2.5	9	鏡面光沢	良好
10	1.0	15	平滑 緻密	良好
11	1.0	15	平滑 緻密	良好
12	2.0	15	平滑 緻密	良好
13	2.0	15	平滑 緻密	良好

第 7 表 (Al-Ta合金めっき)

区分	No	めっき浴組成				電解条件				
		AlX ₃	タンタル化合物	アルキルピリジニウムハロゲン化合物又はアルキルイミダゾリウムハロゲン化合物	添加剤	溶剤	浴温 (℃)	電流密度 (A/dm ²)	電解時間 (min)	雰囲気ガス
実施例	1	AlCl ₃ 60mol%	TaCl ₅ 3mol%	ブチルピリジニウムクロライド 3.7mol%	-	-	60	2	15	N ₂
	2	AlCl ₃ 60mol%	TaCl ₅ 5mol%	1-エチル-3-メチルイミダゾリウムクロライド 3.5mol%	-	-	60	5	15	N ₂
	3	AlCl ₃ 55mol%	TaCl ₅ 10mol%	1-エチル-3-メチルイミダゾリウムクロライド 3.5mol%	-	-	40	3	15	Ar
	4	AlBr ₃ 60mol%	TaF ₅ 5mol%	1-エチル-3-メチルイミダゾリウムクロライド 3.5mol%	-	-	150	10	5	Ar
	5	AlCl ₃ 60mol%	TaCl ₅ 5mol%	1-エチル-3-メチルイミダゾリウムクロライド 残	ピリミジン 0.005mol%	-	60	3	15	N ₂
	6	AlCl ₃ 60mol%	TaCl ₅ 5mol%	1-エチル-3-メチルイミダゾリウムクロライド 残	アミノピリミジン 0.005mol%	-	60	3	15	N ₂
	7	AlCl ₃ 55mol%	TaCl ₅ 10mol%	1-エチル-3-メチルイミダゾリウムクロライド 残	フェナントリン 0.005mol%	-	40	3	15	N ₂
	8	AlCl ₃ 60mol%	TaCl ₅ 5mol%	ブチルピリジニウムクロライド 3.5mol%	-	ベンゼン 50Vol%	40	3	15	N ₂
	9	AlCl ₃ 55mol%	TaCl ₅ 5mol%	ブチルピリジニウムクロライド 4.0mol%	-	トルエン 50Vol%	40	3	15	N ₂
	10	AlCl ₃ 60mol%	TaF ₅ 5mol%	1-エチル-3-メチルイミダゾリウムクロライド 3.5mol%	-	-	60	5	15	N ₂
	11	AlCl ₃ 55mol%	TaF ₅ 10mol%	1-エチル-3-メチルイミダゾリウムクロライド 3.5mol%	-	-	60	5	15	N ₂
	12	AlCl ₃ 60mol%	KTaF ₆ 5mol%	1-エチル-3-メチルイミダゾリウムクロライド 3.5mol%	-	-	60	5	15	Ar
	13	AlCl ₃ 60mol%	K ₂ TaF ₇ 5mol%	1-エチル-3-メチルイミダゾリウムクロライド 3.5mol%	-	-	60	5	15	Ar

第 8 表 (Al-Ta合金めっき)

No	めっき層			
	Ta含有量 (%)	厚み (μm)	表面状態	加工性
1	14	6	平滑 緻密	良好
2	20	15	鏡面光沢	良好
3	24	9	鏡面光沢	良好
4	32	10	鏡面光沢	良好
5	25	9	鏡面光沢	良好
6	25	9	鏡面光沢	良好
7	25	9	鏡面光沢	良好
8	25	9	鏡面光沢	良好
9	25	9	鏡面光沢	良好
10	10	15	平滑 緻密	良好
11	10	15	平滑 緻密	良好
12	20	15	平滑 緻密	良好
13	20	15	平滑 緻密	良好

第 9 表 (Al-Mo合金めっき)

区 分	No	め っ き 浴 組 成				電 解 条 件				
		AlX ₃	モリブデン ハロゲン化物	アルキルピリジニウムハロゲン化物又は アルキルイミダゾリウムハロゲン化物	添 加 剤	溶 剤	浴 温 (℃)	電流密度 (A/dm ²)	電解時間 (min)	雰囲気 ガス
実 施 例	1	AlCl ₃ , 6.0mol%	MoCl ₅ , 3mol%	ブチルピリジニウムクロライド 3.7mol%	-	-	60	2	15	N ₂
	2	AlCl ₃ , 6.0mol%	MoCl ₅ , 5mol%	1-エチル-3-メチルイミダゾリウム クロライド 3.5mol%	-	-	60	5	15	N ₂
	3	AlCl ₃ , 5.5mol%	MoCl ₅ , 1.0mol%	1-エチル-3-メチルイミダゾリウム クロライド 3.5mol%	-	-	40	3	15	Ar
	4	AlBr ₃ , 6.0mol%	MoBr ₅ , 5mol%	1-エチル-3-メチルイミダゾリウム クロライド 3.5mol%	-	-	150	10	5	Ar
例	5	AlCl ₃ , 6.0mol%	MoCl ₅ , 5mol%	1-エチル-3-メチルイミダゾリウム クロライド 膜	ピリミジン 0.005mol%	-	60	3	15	N ₂
	6	AlCl ₃ , 6.0mol%	MoCl ₅ , 5mol%	1-エチル-3-メチルイミダゾリウム クロライド 膜	アミノピリミジン 0.005mol%	-	60	3	15	N ₂
	7	AlCl ₃ , 5.5mol%	MoCl ₅ , 1.0mol%	1-エチル-3-メチルイミダゾリウム クロライド 膜	フェナントロリン 0.005mol%	-	40	3	15	N ₂
	8	AlCl ₃ , 6.0mol%	MoCl ₅ , 5mol%	ブチルピリジニウムクロライド 3.5mol%	-	ベンゼン 5.0Vol%	40	3	15	N ₂
	9	AlCl ₃ , 5.5mol%	MoCl ₅ , 5mol%	ブチルピリジニウムクロライド 4.0mol%	-	トルエン 5.0Vol%	40	3	15	N ₂
	10	AlCl ₃ , 6.0mol%	MoF ₅ , 5mol%	1-エチル-3-メチルイミダゾリウム クロライド 3.5mol%	-	-	60	5	15	N ₂
	11	AlCl ₃ , 5.5mol%	MoF ₅ , 1.0mol%	1-エチル-3-メチルイミダゾリウム クロライド 3.5mol%	-	-	60	5	15	N ₂

第 10 表 (Al-Mo合金めっき)

No	め っ き 層			
	Mo含有量 (%)	厚み (μm)	表面状態	加工性
1	14	6	平滑 緻密	良好
2	20	15	鏡面光沢	良好
3	25	9	鏡面光沢	良好
4	30	10	鏡面光沢	良好
5	25	9	鏡面光沢	良好
6	25	9	鏡面光沢	良好
7	25	9	鏡面光沢	良好
8	25	9	鏡面光沢	良好
9	25	9	鏡面光沢	良好
10	10	15	平滑 緻密	良好
11	10	15	平滑 緻密	良好

第 11 表(A1-W合金めっき)

区分	No	め っ き 浴 組 成				電 解 条 件				
		AlX ₃	タングステン ハロゲン化物	アルキルピリジニウムハロゲン化物又は アルキルイミダゾリウムハロゲン化物	添加剤	溶 剤	浴 温 (℃)	電流密度 (A/dm ²)	電解時間 (min)	雰囲気 ガス
実施例	1	AlCl ₃ 60mol%	WCl ₆ 3mol%	ブチルピリジニウムクロライド 37mol%	-	-	60	2	15	N ₂
	2	AlCl ₃ 60mol%	WCl ₆ 5mol%	1-エチル-3-メチルイミダゾリウム クロライド 35mol%	-	-	60	5	15	N ₂
	3	AlCl ₃ 55mol%	WCl ₆ 10mol%	1-エチル-3-メチルイミダゾリウム クロライド 35mol%	-	-	40	3	15	Ar
	4	AlBr ₃ 60mol%	WBr ₆ 5mol%	1-エチル-3-メチルイミダゾリウム クロライド 35mol%	-	-	150	10	5	Ar
	5	AlCl ₃ 60mol%	WCl ₆ 5mol%	1-エチル-3-メチルイミダゾリウム クロライド 35mol%	ピリミジン 0.005mol%	-	60	3	15	N ₂
	6	AlCl ₃ 80mol%	WCl ₆ 5mol%	1-エチル-3-メチルイミダゾリウム クロライド 35mol%	アミノピリミジン 0.005mol%	-	60	3	15	N ₂
	7	AlCl ₃ 55mol%	WCl ₆ 10mol%	1-エチル-3-メチルイミダゾリウム クロライド 35mol%	フェナントロリン 0.005mol%	-	40	3	15	N ₂
	8	AlCl ₃ 60mol%	WCl ₆ 5mol%	ブチルピリジニウムクロライド 35mol%	-	ベンゼン 50Vol%	40	3	15	N ₂
	9	AlCl ₃ 55mol%	WCl ₆ 5mol%	ブチルピリジニウムクロライド 40mol%	-	トルエン 50Vol%	40	3	15	N ₂
	10	AlCl ₃ 60mol%	WF ₆ 5mol%	1-エチル-3-メチルイミダゾリウム クロライド 35mol%	-	-	60	3	15	N ₂
	11	AlCl ₃ 55mol%	WF ₆ 10mol%	1-エチル-3-メチルイミダゾリウム クロライド 35mol%	-	-	60	3	15	N ₂

第 12 表(A1-W合金めっき)

No	め っ き 層			
	W含有量 (%)	厚み (μm)	表面状態	加工性
1	7	6	平滑 緻密	良好
2	13	15	鏡面光沢	良好
3	15	9	鏡面光沢	良好
4	20	10	鏡面光沢	良好
5	17	9	鏡面光沢	良好
6	17	9	鏡面光沢	良好
7	17	9	鏡面光沢	良好
8	17	9	鏡面光沢	良好
9	17	9	鏡面光沢	良好
10	9	15	平滑 緻密	良好
11	10	15	平滑 緻密	良好

(発明の効果)

以上のように、本発明のめっき浴によれば、電気めっき法によりAl合金をめっきできる。また、めっき浴は、常温もしくは比較的低温でめっきできるので、取り扱い操作は容易で、被めっき材に熱歪を生じさせるようなことがない。

特許出願人 日新製鋼株式会社

代 理 人 進 藤 興

1,2,3

DERWENT-ACC-NO: 1992-146957
DERWENT-WEEK: 199218
COPYRIGHT 1999 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Bath for electroplating aluminium@ alloys - comprises aluminium halide, alkyl:pyridinium or alkyl:imidazolium halide and halide of lithium, vanadium, niobium, tantalum, molybdenum

PATENT-ASSIGNEE: NISSHIN STEEL CO LTD[NISI]

PRIORITY-DATA: 1990JP-0201745 (July 30, 1990)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES
MAIN-IPC			
JP 04088188 A	March 23, 1992	N/A	011 N/A

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DESCRIPTOR	APPL-NO	APPL-DATE
JP04088188A	N/A	1990JP-0201745	July 30, 1990

INT-CL_(IPC): C25D003/66; C25D005/26

ABSTRACTED-PUB-NO: JP04088188A

BASIC-ABSTRACT: Bath comprises (A) 33-67 mol.% of an Al halide; (B) 0.01-67 mol.% of a Li halide, a V halide and/or an alkali metal fluorovanadate; a Nb halide and/or an alkali metal fluoroniobate; a Ta halide and/or an alkali metal fluorotantalate; a Mo halide; and a W halide; and (C) 33-67 mol.% of an alkylpyridinium halide or an alkylimidazolium halide (provided that the alkyl gp. in both cpds. contains 1-12C atoms).

Electroplating an Al-Mg alloy using the bath at 25-180 deg.C and applying a DC or pulsed current at a density of 0.01-100 A/dm² is also claimed.

The alkylpyridinium halide is a mono-, a di-, a tri-alkylpyridinium halide, or their mixt.. The alkylimidazolium halide is a 1-alkyl-, 1,3-dialkyl-, trialkyl-imidazolium halide or their mixt.. Aromatic organic solvent or a nitrogen-contg. aromatic cpd. is pref. added to plating bath.

USE/ADVANTAGE - Enables electroplating of an Al alloy at an ordinary temp. or relatively low temp.

CHOSEN-DRAWING: Dwg.0/0

TITLE-TERMS:

BATH ELECTROPLATING ALUMINIUM@ ALLOY COMPRISE ALUMINIUM HALIDE ALKYL PYRIDINIUM
ALKYL IMIDAZOLIUM HALIDE HALIDE LITHIUM VANADIUM NIOBIUM TANTALUM MOLYBDENUM

ADDL-INDEXING-TERMS:
MOLYBDENUM HALIDE

DERWENT-CLASS: E13 M11

CPI-CODES: E07-D04A; E07-D09A; M11-A06;

CHEMICAL-CODES:

Chemical Indexing M3 *01*

Fragmentation Code

F011 F012 F013 F014 F015 F016 F431 F521 H181 H201
K0 L7 L721 M210 M211 M212 M213 M214 M215 M216
M220 M221 M222 M223 M224 M225 M226 M231 M232 M233
M240 M273 M281 M282 M283 M320 M413 M510 M521 M530
M540 M781 M903 M904 Q463 R023

Markush Compounds

199218-D8401-U 199218-D8402-U

SECONDARY-ACC-NO:

CPI Secondary Accession Numbers: C1992-067896